

## 二相滴定法测定复方黄连素片中盐酸黄连素的含量

广西柳州地区药品检验所 黄鑫镇

二相滴定法是一种半微量容量分析方法<sup>[1]</sup>。本法用于复方黄连素制剂中黄连素的含量测定,未曾见报导,其特点是事先不必进行分离,可以直接滴定,方法简单、快速且较为准确。我区药品标准(1980年版)收录的复方黄连素片(每片含盐酸黄连素30mg、十大功劳88mg及穿心莲与板兰根的煎膏)是采用重量法测定含量,操作麻烦、费时。采用二相滴定法测定,结果尚满意,介绍如下:

### 一、试剂

1. M/100四苯硼钠(简称TPB)液<sup>[2]</sup>

0.0025M TPB溶液:量取M/100TPB液稀释。

2. 橙黄Ⅳ指示液:取橙黄Ⅳ0.1g,加水适量,置水浴上加热使溶解,放冷,再加水使成100ml,即得。

3. pH 1.71缓冲液:取N/1醋酸钠溶液50ml,加N/1盐酸55ml,加水稀释至250ml,即得。

### 二、测定方法

取本品20片,去糖衣后精密称定,研细,精密称取适量(约相当于盐酸黄连素100mg),置小烧杯中,加热蒸馏水适量溶解,然后转入100ml量瓶中并加水稀释至刻度,摇匀,用干燥滤纸滤过,弃去初滤液,精密量取续滤液2ml,置100ml碘瓶中,加缓冲液20ml,氯仿60ml,橙黄Ⅳ指示液3滴,剧烈振摇约半分钟,以0.0025M TPB液滴定。近终点时密塞,猛烈振摇,继续滴定至水层出现澄清的玫瑰红色即为终点。(每1ml 0.0025M TPB液相当于0.9413mg的盐

酸黄连素)。

### 三、测定结果

本法与重量法<sup>[3]</sup>对同一批号产品进行测定,结果见表1。

表1 二法测定结果比较

| 试验编号   | 测定结果合算示量(%) |      |
|--------|-------------|------|
|        | 二相滴定法       | 重量法  |
| 1      | 98.0        | 92.5 |
| 2      | 97.5        | 97.2 |
| 3      | 97.5        | 94.7 |
| 4      | 97.1        | 90.5 |
| 5      | 94.8        |      |
| 6      | 98.0        |      |
| 7      | 95.7        |      |
| 8      | 96.2        |      |
| 9      | 97.1        |      |
| 10     | 95.7        |      |
| 11     | 96.2        |      |
| 平均     | 96.7        | 93.7 |
| SD     | 1.05        |      |
| CV (%) | 1.09        |      |

### 四、对照试验

精密称取在100°干燥至恒重的盐酸黄连素(精制过的纯品,按中国药典(1980版)一部测定含量合格<sup>[4]</sup>,并经层析检查,其纯度符合要求。)约100mg置100ml量瓶中,加热蒸馏水使溶解并稀释至刻度,摇匀。精密量取该液2ml置100ml碘瓶中,按上方法测定即得。

### 五、回收试验

精密称取除去糖衣的样片细粉一定量,加入盐酸黄连素对照品一定量,按上测定方

法测定, 结果见表2。

表2 回收率测定结果

| 序号 | 样品重<br>(mg) | 样品含黄<br>连素重<br>(mg) | 加入黄<br>连素重<br>(mg) | 测得黄<br>连素总<br>量<br>(mg) | 回收率<br>(%) |
|----|-------------|---------------------|--------------------|-------------------------|------------|
| 1  | 8.3         | 0.83                | 0.88               | 1.69                    | 97.7       |
| 2  | 10.4        | 1.04                | 1.11               | 2.14                    | 99.1       |
| 3  | 13.5        | 1.35                | 1.44               | 2.78                    | 99.3       |
| 4  | 15.6        | 1.56                | 1.66               | 3.25                    | 101.8      |
| 5  | 20.8        | 2.08                | 2.21               | 4.28                    | 99.5       |
| 平均 |             |                     |                    |                         | 99.5       |

SD = 1.477

CV(%) = 1.48

## 六、小结和讨论

1. 二相滴定法较重量法操作简单、迅速、准确, 且精密度为好。

2. 当样品中黄连素的含量超过2mg以上时, 指示剂要适当增加1~2滴, 终点才明显。

3. 重量法由于反复提取分离等操作较多, 黄连素难免有所损失, 含量略低的原因有待进一步试验。

4. 滴定采用碘量瓶, 便于猛烈振摇。

全文承上海市药检所陈执中副主任药师审阅, 特此致谢。

## 参 考 文 献

- [1] 陈执中: 药学通报14(3): 133, 1979
- [2] 中国药典1977年版, 二部, 附录133页
- [3] 广西药品标准1980年版, 117页
- [4] 中国药典1977年版, 一部, 454页